

Producing technique for refined silicon

Publication number: CN1143605
Publication date: 1997-02-26
Inventor: ZHONGPU LI (CN)
Applicant: LI ZHONGPU (CN)
Classification:
- **International:** C01B33/037; C01B33/00; (IPC1-7): C01B33/037
- **European:**
Application number: CN19951011941 19950822
Priority number(s): CN19951011941 19950822

Report a data error here

Abstract of CN1143605

A productive process for refining silicon includes such steps as smelting industrial silicon, addition of silicon slag former to melt silicon, insulating refining at 1400-1800 deg.C for 1-90 min, then casting ignots, crushing, and packing, and features no damage of chlorine to person and environment, low loss of silicon, low cost and high quality of refined silicon with impurity contents of less than 0.1% of Al and less than 0.05% of Ca.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

D1
P69-2

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

C01B 33/037



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 95111941.9

[43]公开日 1997 年 2 月 26 日

[11] 公开号 CN 1143605A

[22]申请日 95.8.22

[71]申请人 李忠莆

地址 113001辽宁省抚顺市望花区光明街6委

[72]发明人 李忠莆

[74]专利代理机构 辽宁科技专利事务所

代理人 孙吉秀

权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 精炼硅生产工艺

[57]摘要

本发明涉及精炼硅生产工艺，该工艺采用如下步骤：将工业硅熔化后，在硅液态时加入 1—3% 硅渣剂，然后进行保温精炼：温度为 1400—1800℃，时间 1—90 分钟，完后铸锭、破碎、包装、成品。该工艺不使用有毒物质，消除了氯气对人及环境危害，硅损失少、成本低廉、精炼硅质量高，精炼硅杂质含量 $Al < 0.1\%$ ， $Ca < 0.05\%$ ，比现行国家标准质量高，能满足冷轧硅钢片及有机硅等对硅的要求。

(BJ)第 1456 号

权 利 要 求 书

1. 精炼硅生产工艺，其特征在于该生产工艺依次采用如下步骤：
 - a. 将工业硅经熔化，熔化温度控制在1400-1800℃ 范围内；
 - b. 在硅呈液态时加入1-3% 硅造渣剂；
 - c. 进行保温精炼，精炼温度为1400-1800℃， 精经炼时间为1-90分钟；
 - d. 铸锭、破碎、包装、成品。

2. 据权利要求1所述的精炼硅生产工艺，其特征在于：所述硅造渣剂的组份重量百分含量为：

SiO_2 50-60%	Na_2CO_3 5-10%	K_2CO_3 5-10%
CaO 20-30%	NaCl 5-10%	KCl 5-10% 。

精炼硅生产工艺

本发明涉及到精炼硅生产工艺，属于有色金属冶炼提纯净化处理技术领域。

目前国内工业硅生产工艺，通常采用传统的粗放通氯气精炼方法。这种精炼方法在实际应用中，由于氯气有毒，污染环境，容易造成爆炸事故，对人生、财产造成重大损失；另方面除了具有操作不方便外，所形成的渣又不易与硅熔体分离，使硅液的纯净度难于提高，因而所形成的渣中含有相当多的数量的硅，造成硅数量损失，因而产品单位消耗及成本增加；更主要的是目前我国生产厂家所生产的A级工业硅产品含杂质仍较高，尚不能满足冷轧硅钢片用硅和有机硅工业用硅对杂质Al和Ca的要求。现行我国工业硅国家标准GB2881-91见表1。

本发明的目的是克服现有技术的不足，提供一种无毒、安全、方便、成本低廉的生产精炼硅的新工艺。

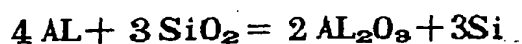
本发明所提供的精炼硅生产工艺，依次采用如下步骤：工业硅经熔化后，加硅造渣剂再进行保温精炼、铸锭、破碎、包装、成品。熔化工序：熔炼温度控制在1400-1800℃范围内，在硅呈液态时需加1-3%硅造渣剂。在保温精炼工序时：精炼温度为1400-1800℃，精炼时间为1-90分钟。

精炼硅生产工艺，应用所述硅造渣剂的组份重量百分含量为：

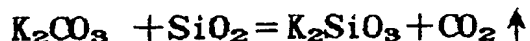
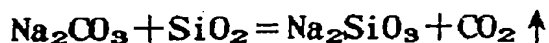
SiO_2 50-60% Na_2CO_3 5-10% K_2CO_3 5-10%

CaO 20-30% NaCl 5-10% KCl 5-10%。

本发明精炼硅生产工艺中加硅造渣剂的机理：是使工业硅中的金属状态的Al和Ca先氧化成 Al_2O_3 和 CaO ，其主要化学反应式为：



然后与硅造渣剂中的 SiO_2 生成硅酸盐 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ 和 $2 \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ，由于这样的硅酸盐熔点在 1450°C 以上很难分离，为了降低渣的熔点，硅造渣剂中还应含有 Na_2O 、 K_2O 或 Na_2CO_3 、 K_2CO_3 ，其化学反应式为：



由 NaSiO_3 、 K_2SiO_3 及 $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ 组成的就是玻璃主要成份，其熔点只有 1000°C 左右，在 $1400—1800^\circ\text{C}$ 温度下改善了熔渣的粘度和表面张力，有利熔渣与硅的分离。

氯化物是生产金属铝、镁常用的熔剂，适量加入一些氯化物还可以继续改善生成熔渣的粘度和表面张力，更利于熔渣与硅的分离，常用氯化物为： NaCl 、 KCl 、 MgCl_2 、 CaCl_2 。

硅造渣剂成份及用量按工业硅生产所用原料不同而有所改变，其关键是使生成的熔渣呈绿色低熔点的玻璃体（俗称绿蛋）。

本发明的工艺方法有如下优点：

1. 该工艺简单，应用方便，比氯化除渣工艺费用低，容易实现。
2. 该精炼硅生产工艺无毒、安全，即消除了毒气对人体的危害和环境的污染，防止爆炸造成的伤亡事故发生。
3. 硅造渣剂效果好，回收硅量大，减少贵金属的损失，杂质含量 Al 不大于 0.1% 、 Ca 不大于 0.05% ，使硅产品质量提高，满足了冷轧硅钢片和有机硅工业对精炼硅的要求。

4. 经济效果显著。由于精炼硅质量好，杂质Al、Ca含量极低，因此价格比工业硅提高20%，按年产精炼硅一千吨计算，每吨可多得利润1000-2000元，年利润增加100-200万元。

下面是最佳实施例进一步说明本发明的精炼硅生产工艺过程：

在本实施例中精炼硅生产工艺应用所述硅造渣剂的组份重量百分比含量为：

SiO_2 50-60% 、 Na_2CO_3 5-10% 、 K_2CO_3 5-10% 、

CaO 20-30% 、 NaCl 5-10% 、 KCl 5-10% 。

本实施例中，首先把100-200Kg的块状工业硅，放在改进的中频炉上面的铁板上加以预热除去水份，防止由水存在发生爆炸，预热10分钟后，再加入中频炉的坩埚内，然后加电熔化硅，温度控制在1450-1600℃，当硅熔化时，加硅造渣剂，用量为硅的1-3%，然后进入保温精炼工序：精炼温度为1450-1600℃，精炼时间1-90分钟，精炼过程完成后，即可铸锭，每锭50Kg，硅锭冷却至常温，再用鄂式破碎机破碎成1-10Kg的块状，而后包装，形成精炼硅产品。得到试验结果见表2。

表 1. 我国现行工业硅国家标准 GB2881-91:

名称	牌号	化学成份				应用范围
		Si不 小于	杂质不大于			
			Fe	Al	Ca	
A级硅	Si-A	99.3	0.4	0.2	0.1	化学用硅
B级硅	Si-B	99.0	0.5	0.3	0.2	
一级硅	Si-1	8.5	0.6	-	0.3	冶金用硅
二级硅	Si-2	98.0	0.7	-	0.5	
三级硅	Si-3	97.0	1.0	-	1.0	

表 2.

精炼硅所达到的性能

名称	牌号	化学成份				应用范围
		Si不小于	杂质不大于			
			Fe	Al	Ca	
精炼硅 1	Si-R1	99.50	0.4	0.07	0.03	有机硅用
精炼硅 2	Si-R2	99.15	0.7	0.1	0.05	冷轧硅钢片用